

Особенности определения остаточных количеств стрептомицина в молоке методом ВЭЖХ-МС/МС

Шутилова Е.П., Шуляковская О.В.

Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр гигиены», г. Минск, Республика Беларусь

Широкое применение антибиотиков в качестве лечебных и стимулирующих рост средств привело к тому, что продукты животного происхождения нередко содержат остаточные количества этих препаратов. Остаточные количества антибиотиков, содержащихся в продуктах питания, могут вызывать токсическое, тератогенное и мутагенное действие на организм человека. Риск загрязнения продовольственного сырья антибиотиками может быть снижен только при эффективной системе контроля на всех стадиях – от производства до реализации. Вследствие этого к методам массового контроля антибиотиков в сырье и продуктах животного происхождения должны предъявляться весьма жесткие требования – методы должны быть надежны, просты, оперативны, они должны обеспечивать высокую чувствительность и селективность определения. Одним из таких методов определения остаточных количеств стрептомицина является высокоэффективная жидкостная хроматография с масс-спектрометрическим детектированием (ВЭЖХ-МС/МС).

Для извлечения стрептомицина из проб молока применяли 5%-ный водный раствор трихлоруксусной кислоты. pH полученного экстракта доводили до $7,0 \pm 0,5$. Экстракт очищали на картриджах для твердофазной экстракции Strata-X-CW, аналит элюировали с картриджа 2%, 5% и 10%-ными растворами муравьиной кислоты в метаноле, полученные элюаты упаривали на нагревательном модуле в токе воздуха досуха при 40°C. Сухие остатки растворяли в 1 см³ водного раствора 10 mM гептафторбутановой кислоты. Идентификацию стрептомицина проводили на жидкостном хроматографе Agilent 1200 масс-спектрометрическим детектором Agilent 6410. В качестве интерфейса ионизации применяли электроспрей с регистрацией положительных ионов. Разделение компонентов анализируемой смеси осуществляли в режиме градиентного элюирования на обращенно-фазной колонке Zorbax Eclipse Plus C18 (150 mm X 2,1 mm, 3,5 mkm). Подвижная фаза состояла из двух компонентов: А – 10 mM гептафторбутановой кислоты в воде, В – 10 mM гептафторбутановой кислоты в ацетонитриле.

Установлено, что стрептомицин удерживается на обращенно-фазных колонках при добавлении в подвижную фазу ион-парного реагента. Максимальный отклик стрептомицина при его детектировании наблюдается при применении для экстракции 5%-ного водного раствора трихлоруксусной кислоты и при элюировании с картриджа аналита раствором 5%-ной муравьиной кислоты в метаноле. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии в обращенно-фазном варианте с tandemной масс-спектрометрией в сочетании с твердофазной экстракцией на катионно-обменных сорбентах на основе силикагеля с привитыми карбоксикислотными группами позволяет контролировать остаточные количества стрептомицина с высокой чувствительностью, удовлетворяющей существующим гигиеническим требованиям.